

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-081796

(43)Date of publication of application : 19.03.2003

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 2002-196716

(71)Applicant : SUNSTAR INC

(22)Date of filing : 05.07.2002

(72)Inventor : FUJISAWA KOICHI

(30)Priority

Priority number : 2001204791

Priority date : 05.07.2001

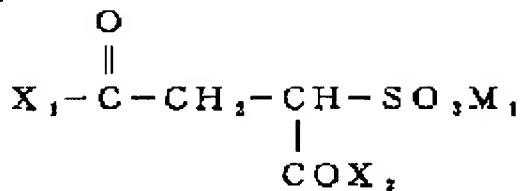
Priority country : JP

## (54) COMPOSITION FOR THE ORAL CAVITY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a composition for the oral cavity having a stein formation inhibiting effect together with a stein adhesion suppressing effect, capable of effectively preventing coloration of the tooth.

SOLUTION: This composition for the oral cavity includes 0.01-5 wt.% of one or more kinds of sulfosuccinate based surfactant expressed in general formula (1) and 0.5-10 wt.% of an abrasive precipitated silica having 50 percentile (d50)  $\leq 5 \mu\text{m}$  and 90 percentile (d90)  $\leq 15 \mu\text{m}$  of particle diameter and RDA (Radioactive Dentin Abrasion) value  $\geq 120$ . [In the formula either one of X1 and X2 is R1O-(AO)<sub>n</sub>- or R1CO-B-(AO)<sub>n</sub>- and the other is M2O-, M1 and M2 are each same or different H, an alkali metal, an alkaline earth metal, ammonium or an alkanol amine, R1 is a 8-22C alkyl or alkenyl group, AO is a 2-3C oxyalkylene group, the average added mole numbers n is 0-20, B is -NH- or a 2-3C monoalkanol amine residue].



## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

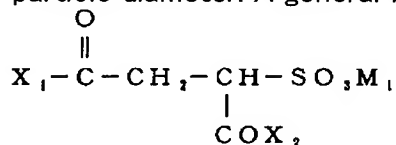
---

**CLAIMS**


---

[Claim(s)]

[Claim 1]At least one sort of a sulfo succinic acid series surface-active agent shown by a general formula (1) 0.01 to 5 % of the weight, And a constituent for the mouths in which a number ( $d_{50}$ ) is characterized by containing polish nature precipitated silica, wherein a number ( $d_{90}$ ) is 15 micrometers or less and a RDA value is 120 or more 0.5 to 10% of the weight for about 9000 minutes of 5 micrometers or less and particle diameter for about 5000 minutes of particle diameter. A general formula (1) : [Formula 1]



Either one of  $\text{X}_1$  and  $\text{X}_2$  is  $\text{R}_1\text{O}-(\text{AO})_n-$  or  $\text{R}_1\text{CO}-\text{B}-(\text{AO})_n-$  among [type, Another side is  $\text{M}_2\text{O}-$  and  $\text{M}_1$  and  $\text{M}_2$  are the same or different, respectively, Hydrogen, an alkaline metal, alkaline-earth metals, ammonium, or alkanolamine is expressed, As for the alkyl group of the carbon numbers 8-22 or an alkenyl group, and AO, in  $\text{R}_1$ , 0-20B express  $-\text{NH}-$  or the monoalkanolamine residue of the carbon numbers 2-3, as for the oxyalkylene group of the carbon numbers 2-3, and the average addition mol  $n$  [several].]

[Claim 2]The constituent for the mouths according to claim 1 whose average addition mols  $n$  [several] of AO basis of a sulfo succinic acid series surface-active agent shown by a general formula (1) are 0-7.

[Claim 3]The constituent for the mouths according to claim 1 whose carbon numbers of an alkyl group of a sulfo succinic acid series surface-active agent or an alkenyl group shown by a general formula (1) are 10-14.

[Claim 4]the constituent for the mouths according to claim 1 whose  $\text{M}_1$  of a sulfo succinic acid series surface-active agent and  $\text{M}_2$  which are shown by a general formula (1) are sodium.

[Claim 5]The constituent for the mouths according to claim 1 whose RDA values of polish nature precipitated silica are 130-200.

[Claim 6]The constituent for the mouths according to claim 1 whose loadings of polish nature precipitated silica are 1 to 5 % of the weight.

[Claim 7]The constituent for the mouths according to claim 1 in which a RDA value blended polish nature precipitated silica which is 40-110.

[Claim 8]The constituent for the mouths according to claim 7 whose loadings of polish nature precipitated silica whose RDA values are 40-110 are 3 to 25 % of the weight.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the constituent for the mouths which blended the sulfo succinic acid series surface-active agent.

[0002]

[Description of the Prior Art]Formation of the pigmentation thing called a stain and adhesion in a tooth start coloring of a tooth owing to, and it is a big problem of aesthetic appreciation. The stain is considered that the metal contained in germicides, such as chlorhexidine, tea, etc., such as a tannin system substance and iron, happens owing to. How to control inhibition of formation of a stain and adhesion in the tooth of a stain as an effective means for preventing the coloring to a tooth can be considered.

[0003]The method of preventing advance of nonenzymic browning to that polystyrene sulfonate checks the stain by a tannin system substance to JP,1-125315,A as what checks formation of a stain, and JP,2-56413,A, and checking stain formation is shown. These consider only a specific stain substance and have an effect to no stains. Using a sulfo succinic acid series surface-active agent as stain formation inhibitor, and using it for the constituent for the mouths is indicated by JP,10-17443,A. On the other hand about adhesion control of a stain, JP,2-200618,A, The amino alkyl silicone shown in JP,2-209805,A and JP,2-223512,A, It is indicated that the fluoro alkyl-phosphoric-acid ester shown in JP,3-38517,A and JP,5-163126,A forms a tunic on the surface of a tooth, and checks adhesion of a stain. However, the knowledge about the constituent for the mouths which these fill either stain formation inhibition or stain adhesion control, and fills both stain formation inhibition and adhesion control did not have former.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]The purpose of this invention is to provide the constituent for the mouths which has stain formation inhibition and stain adhesion depressor effect, and prevents coloring of a tooth effectively.

[0005]

[Means for Solving the Problem]As a result of this invention person's inquiring wholeheartedly in view of such the actual condition, 0.01 to 5 % of the weight of sulfo succinic acid series surface-active agents, In a number ( $d_{50}$ ), a number ( $d_{90}$ ) for about 9000 minutes of 5 micrometers or less and particle diameter for about 5000 minutes of particle diameter And 15 micrometers or less, And a constituent for the mouths which blended polish nature precipitated silica, wherein a RDA value is 120 or more 0.5 to 10% of the weight has stain formation inhibition and stain adhesion depressor effect, finds out preventing coloring of a tooth effectively, and came to complete this invention.

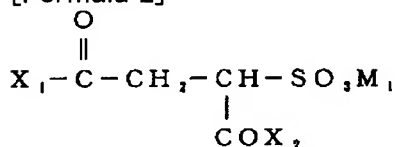
[0006]That is, this invention provides a constituent for the mouths concerning each of following paragraphs.

At least one sort of a sulfo succinic acid series surface-active agent shown by a general formula (1) 1. 0.01 to 5 % of the weight, And a constituent for the mouths in which a number ( $d_{50}$ ) is characterized by containing polish nature precipitated silica, wherein a number ( $d_{90}$ ) is 15

micrometers or less and a RDA value is 120 or more 0.5 to 10% of the weight for about 9000 minutes of 5 micrometers or less and particle diameter for about 5000 minutes of particle diameter.

General formula (1) : [0007]

[Formula 2]



[0008] Either one of  $\text{X}_1$  and  $\text{X}_2$  is  $\text{R}_1\text{O}-(\text{AO})_n-$  or  $\text{R}_1\text{CO}-\text{B}-(\text{AO})_n-$  among [type, Another side is  $\text{M}_2\text{O}-$  and  $\text{M}_1$  and  $\text{M}_2$  are the same or different, respectively, Hydrogen, an alkaline metal, alkaline-earth metals, ammonium, or alkanolamine is expressed, As for the alkyl group of the carbon numbers 8-22 or an alkenyl group, and AO, in  $\text{R}_1$ , 0-20B express  $-\text{NH}-$  or the monoalkanolamine residue of the carbon numbers 2-3, as for the oxyalkylene group of the carbon numbers 2-3, and the average addition mol  $n$  [several].]

2. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement whose average addition mols  $n$  [several] of AO basis of sulfo succinic acid series surface-active agent shown by general formula (1) are 0-7.

3. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement whose carbon numbers of alkyl group of sulfo succinic acid series surface-active agent or alkenyl group shown by general formula (1) are 10-14.

4. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement whose  $\text{M}_1$  of sulfo succinic acid series surface-active agent and  $\text{M}_2$  which are shown by general formula (1) are sodium.

5. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement whose RDA values of polish nature precipitated silica are 130-200.

6. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement whose loadings of polish nature precipitated silica are 1 to 5 % of the weight.

7. Constituent for the mouths of paragraph 1 statement in which RDA value furthermore blended polish nature precipitated silica which is 40-110.

8. Constituent for the mouths of paragraph 7 statement whose loadings of polish nature precipitated silica whose RDA values are 40-110 are 3 to 25 % of the weight.

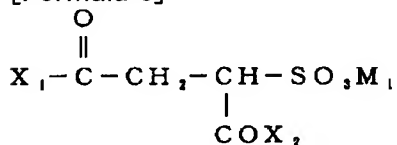
[0009]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, lessons is taken from this invention and it explains in more detail.

[0010] The sulfo succinic acid series surface-active agent used for this invention will not be limited in particular, if it is sulfosuccinic acid monoester expressed with a general formula (1).

General formula (1) : [0011]

[Formula 3]



[0012] Either one of  $\text{X}_1$  and  $\text{X}_2$  is  $\text{R}_1\text{O}-(\text{AO})_n-$  or  $\text{R}_1\text{CO}-\text{B}-(\text{AO})_n-$  among [type, Another side is  $\text{M}_2\text{O}-$  and  $\text{M}_1$  and  $\text{M}_2$  are the same or different, respectively, Hydrogen, an alkaline metal, alkaline-earth metals, ammonium, or alkanolamine is expressed, As for the alkyl group of the carbon numbers 8-22 or an alkenyl group, and AO, in  $\text{R}_1$ , 0-20B express  $-\text{NH}-$  or the monoalkanolamine residue of the carbon numbers 2-3, as for the oxyalkylene group of the carbon numbers 2-3, and the average addition mol  $n$  [several].]

In sulfosuccinic acid monoester expressed with a general formula (1),  $\text{R}_1$  is an alkyl group or an

alkenyl group of natural origin, a with a compound carbon number of about eight to 22 straight chain, or branching. For example, lauryl, cocoyl, Millis Chill, stearyl,  $C_{12} - C_{14}$  composition alkyl, isononyl, isododecyl, octenyl, dodecenyl, etc. are mentioned. Bitter taste and a stimulus are reduced so that a carbon number of  $R_1$  is long, but since the stain formation inhibition effect becomes high so that it is short, as for a carbon number of  $R_1$ , ten to about 16 are preferred, and 12 to about 14 are more preferred. It is most preferred to use especially combining  $C_{12} - C_{14}$  composition alkyl or lauryl, and Millis Chill.

[0013] $M_1$  and  $M_2$  may be the same respectively, or may differ from each other, and are hydrogen, an alkaline metal, alkaline-earth metals, ammonium, or alkanolamine. In magnesium etc., as an alkaline metal, sodium, potassium, etc. can illustrate monoethanolamine, diethanolamine, triethanolamine, etc. as alkanolamine as alkaline-earth metals. Also in these, as  $M_1$  and  $M_2$ , sodium and magnesium are more preferred and especially sodium is preferred.

[0014]AO basis is a with a carbon number of about two to three oxyalkylene group, and it is preferred that it is an oxyethylene group. As for the average addition mol n [ several ] of AO, zero to about 20 are preferred. The stain formation inhibition effect is so high that it is small, and since bitter taste is also reduced, the average addition mol n [ several ] has a preferred case where n is zero to about seven, and zero to about two are the most preferred. Sulfosuccinic acid monoester which has not added oxyalkylene is meant in zero average addition mol here.

[0015]As an example of sulfosuccinic acid monoester shown by a general formula (1), Polyoxyethylene (7 mol) lauryl sulfo disodium succinate, Polyoxyethylene (2 mol) lauryl sulfo disodium succinate, Polyoxyethylene (1 mol) lauryl sulfo disodium succinate, Lauryl sulfo disodium succinate, polyoxyethylene (7 mol) milli still sulfo disodium succinate, Polyoxyethylene (2 mol) alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, Polyoxyethylene (1 mol) alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, Alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, polyoxyethylene (2 mol) lauryl sulfosuccinic acid magnesium, Polyoxyethylene (2 mol) alkyl (C12-14) sulfosuccinic acid magnesium and polyoxyethylene (7 mol) milli still sulfosuccinic acid 2 triethanolamine etc. are mentioned. As an example shown by a general formula (2), oleic amide sulfo disodium succinate, Polyoxyethylene (5 mol) lauroyl ethanol AMIDOSURUHO disodium succinate, polyoxyethylene (2 mol) cocoyl isopropanol AMIDOSURUHO disodium succinate, etc. are mentioned.

[0016]In a general formula (1),  $R_1$  is an alkyl group which is about 12 to 14 carbon number, AO basis is an oxyethylene group, and the most suitable sulfosuccinic acid monoester is sodium salt in which the average addition mol n [ several ] is zero to about two. Specifically, polyoxyethylene (2 mol) alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, polyoxyethylene (1 mol) alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, alkyl (C12-14) sulfo disodium succinate, etc. are mentioned.

[0017]One sort may be independently used for sulfosuccinate expressed with a general formula (1), or it may use two or more sorts together.

[0018>About 0.01 to 5 % of the weight to the whole constituent is desirable still more preferred, and loadings of sulfosuccinic acid monoester expressed with a general formula (1) are usually about 0.1 to 2 % of the weight. Unless it fills loadings to about 0.01% of the weight, sufficient stain formation inhibition effect is not acquired, and if it exceeds about 5 % of the weight, a using feeling will worsen.

[0019]In this invention,  $d_{50}$  makes it indispensable for about 5 micrometers or less and  $d_{90}$  to use polish nature precipitated silica (it may be hereafter called "the first silica") about 15 micrometers or less and whose RDA value are more than [ about 120 ] about 0.5 to 10% of the weight to constituent full weight.

[0020]Precipitated silica makes diluted alkaline silicate metal salt (for example, sodium silicate) and strong acid (for example, sulfuric acid) react on conditions which condense and do not mainly become sol and gel under acid conditions, and is manufactured by milling-izing so that it may become desired particle diameter after filtration, washing, and desiccation. In this invention, precipitated silica manufactured in accordance with a conventional method can be used. Since precipitated silica is excellent in a point of being cheap, easily [ hygroscopicity is low and /

handling ] compared with gel silica, by this invention, precipitated silica is used for it as polish nature silica.

[0021]As the first silica used by this invention, what was manufactured in accordance with a conventional method can be used.

[0022]They are 0.5 to 10 % of the weight to constituent full weight, as for loadings of the first silica, about 0.5 to 6 % of the weight is preferred, its about 1 to 5 % of the weight is more preferred, and its about 2 to 4 % of the weight is still more preferred. When sufficient stain adhesion depressor effect is not acquired as it is less than 0.5%, but it exceeds 10 % of the weight, there is a possibility of damaging a tooth.

[0023] $d_{50}$  and  $d_{90}$  use low-power output helium/Ne laser, and are measured using the Malvern Master sizer (Malvern Mastersizer) using a principle of the Fraunhofer diffraction. As for  $d_{50}$ , it is more preferred that it is about 4.5 micrometers or less, and it is still more preferred that it is about 4 micrometers or less. A minimum of  $d_{50}$  is not limited especially unless it has an adverse effect on an expected effect of this invention, but it is usually about 1 micrometer preferably about 3 micrometers. As for  $d_{90}$ , it is more preferred that it is about 13 micrometers or less, and it is still more preferred that it is about 10 micrometers or less. A minimum of  $d_{90}$  is not limited especially unless it has an adverse effect on an expected effect of this invention, but it is usually about 5 micrometers preferably about 8 micrometers.

[0024]A RDA value is the abbreviation for Radioactive Dentin Abrasion, for example, it can ask by a method (J. Dent. Res., Vol. 55, No.4, 563 to 573-1976 years) of Hefferen and others. As for a RDA value, it is preferred that they are more than [ about 130 ], and it is more preferred that they are more than [ about 150 ]. Although a maximum in particular of a RDA value is not limited, it is usually about 200 preferably about 250. Therefore, as for a range with a preferred RDA value, 130 to about 200 and a still more desirable range of 120 to about 250 and a more desirable range are 150 to about 200.

[0025]a case where a RDA value tells polish nature precipitated silica (the following, the "second silica") which is 40 to about 110 to a constituent for the mouths of this invention in addition to the first silica -- it is -- it can blend.

[0026]By using the second silica together, since stain formation inhibition nature improves more, it is desirable.

[0027]In the second silica, as for a RDA value, it is preferred that it is 40 to about 110 and is 60 to about 110, it is more preferred that it is 80 to about 110, and it is still more preferred that it is 85 to about 110.

[0028]The second silica is not limited especially if a RDA value is a thing in a mentioned range, but that [ its ] whose  $d_{50}$  particle diameter is about 20 micrometers or less is preferred, and that [ its ] whose  $d_{50}$  is about 15 micrometers or less more preferred. Although a minimum in particular of  $d_{50}$  of the second silica is not limited, it is usually about 10 micrometers and its about 8 micrometers are preferred.

[0029]As for loadings of the second silica, about 3 to 25 % of the weight is preferred to constituent full weight, its about 8 to 20 % of the weight is more preferred, its about 10 to 20 % of the weight is still more preferred, and especially its about 15 to 20 % of the weight is preferred.

[0030]In this invention constituent, as for sum total loadings of the first silica and the second silica, about 5 to 30 % of the weight is preferred to constituent full weight, its about 10 to 25 % of the weight is more preferred, its about 12 to 23 % of the weight is still more preferred, and especially its about 17 to 23 % of the weight is preferred. moreover -- a using rate of the first silica and the second silica is a weight ratio -- first silica: -- the 2 -- it is preferred that it is about silica =1:20-1:1, it is more preferred that it is 1:10 to about 1:2, and it is still more preferred that it is 1:10 to about 1:3.

[0031]The following are mentioned as an example of combination of silica in a constituent of this invention.

[0032]Constituent full weight is received in the first silica whose RDA value is 150 to about 200, Constituent full weight is received in the second silica about [ 1 to 5 % of the weight ]; and whose RDA value are 85 to about 110, It blends about 10 to 20% of the weight, total weight of the first silica and the second silica is 12 to 23 % of the weight to constituent full weight, a rate of the first silica and the second silica is a weight ratio, and it is first silica:second silica =1:10 – 1:2.

[0033]Constituent full weight is received in the first silica whose RDA value is 150 to about 200 and whose  $d_{90}$   $d_{50}$  is about 3–4 micrometers, and is about 8–10 micrometers, About [ 2 to 4 % of the weight ]; and a RDA value are 85 to about 110, and  $d_{50}$  receives constituent full weight in the second silica that is about 10–15 micrometers, It blends about 15 to 20% of the weight, total weight of the first silica and the second silica is 17 to 23 % of the weight to constituent full weight, a rate of the first silica and the second silica is a weight ratio, and it is first silica:second silica =1:8 – 1:3.

[0034]A constituent for the mouths of this invention can be used as dosage forms, such as powder toothbrushing, tooth paste, gel, a profit paste, paste, a chewing gum, and a tablet, with a conventional method. A point of usability to especially dentifrices are preferred. The constituent of this invention can blend suitably water, lower alcohol, higher alcohol, and an additive agent by which normal use is carried out in the field concerned according to dosage forms etc. in addition to the above-mentioned sulfo succinic acid series surface-active agent and polish nature precipitated silica. As such an additive agent, abrasive soap other than the above-mentioned polish nature precipitated silica (I) and (II), Surface-active agents other than a sulfo succinic acid series surface-active agent expressed with an excipient, a foaming agent, a binder, a pH adjuster, and the formula (1) and (2), a wetting agent, a sweetening agent, perfume, an antiseptic, colorant, various active principles, etc. can be illustrated. If it is a range which does not spoil an effect of the invention, loadings of an additive agent are not restricted in particular, but can be set up suitably.

[0035]Although loadings of water can be suitably set up according to dosage forms etc., they are usually about 10 to 50% preferably about 0 to 70% of the weight to the whole constituent. Loadings of lower alcohol are usually about 0 to 5% preferably about 0 to 10% of the weight to the whole constituent. Loadings of higher alcohol are usually about 10 to 50% preferably about 0 to 70% of the weight to the whole constituent.

[0036]As abrasive soap other than the above-mentioned polish nature precipitated silica (I) and (II), Dibasic calcium phosphate and 2 hydrate and anhydrate, calcium phosphate, Tribasic calcium phosphate, calcium carbonate, calcium pyrophosphate, aluminium hydroxide, Alumina, silica gel, aluminum silicate, the above-mentioned polish nature precipitated silica (I), and sedimentation nature silica other than (II), Insoluble sodium metaphosphate, the 3rd magnesium phosphate, magnesium carbonate, calcium sulfate, poly methyl methacrylate, bentonite, zirconium silicate, hydroxyapatite, a synthetic resin, etc. can be used. These abrasive soap may be used independently, or two or more sorts may be used together, and, in the case of tooth paste, loadings of abrasive soap other than the above-mentioned polish nature precipitated silica (I) and (II) are usually about 5 to 50 % of the weight about 5 to 90% of the weight to constituent full weight.

[0037]As an excipient, powder state cellulose containing igneous silica, thickening property silica (silica whose RDA value is less than [ about 30 ] is generally shown), and crystalline cellulose can be illustrated, for example. In these, igneous silica and thickening property silica are preferred. Loadings of an excipient are usually about 0.1 to 30 % of the weight to the whole constituent, and are about 0.5 to 10 % of the weight preferably.

[0038]As a foaming agent, anionic surface-active agents other than a sulfo succinic acid series surface-active agent expressed with a general formula (1) are mentioned. For example, high-class alkyl-sulfuric-acid ester salt;N-long chain acylamino acid chloride whose carbon numbers of alkyl groups, such as sodium lauryl sulfate and Millis Chill sodium sulfate, are 8–18, An alpha olefin sulfonate salt, higher-fatty-acid sodium monoglyceride mono- sulfate, An N-methyl-N-palmitoyl TAURADO salt, N-acyl sarcosine sodium, Anionic surface-active agents, such as N-

acyl glutamate, N-methyl-N-acyl taurine sodium, N-methyl-N-acyl alanine sodium, and alpha olefin sulfone sodium, etc. can be illustrated. These anionic surface-active agent has many high things of a stain removal action by chemical lysis, especially since stain formation depressor effect will become high synergistically if sodium lauryl sulfate is blended, it is desirable. These anionic surface-active agents may be used independently, or may use two or more sorts together. Loadings of anionic surface-active agents other than a sulfo succinic acid series surface-active agent expressed with a general formula (1) are usually about 0.01 to 2 % of the weight preferably about 0.001 to 5% of the weight to the whole constituent.

[0039]A nonionic surfactant and an ampholytic surface active agent which are usually used for a constituent for the mouths besides an anionic surface-active agent, and a cationic surface-active agent may be blended with this invention constituent. As such a surface-active agent, for example Polyoxyethylene fatty acid ester, such as polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, such as polyoxyethylene sorbitan monolaurate, Polyoxyethylene hydrogenated castor oil, lauric acid monoethanolamide, Myristic acid monoethanolamide, polyoxyethylene higher alcohol ether, A polyoxyethylene polyoxypropylene copolymer, polyoxyethylene polyoxypropylene fatty-acid-ester alkyl glycoside (for example, an alkyl chain: about C8-C16), Polyglyceryl fatty acid ester (for example, an alkyl chain of a fatty acid part: about C8-C16), Nonionic surfactants, such as sucrose fatty acid ester (for example, an alkyl chain of a fatty acid part: about C8-C16); N-alkyl diaminoethylglycine, An alkyl betaine, a fatty-acid-amide propylbetaine (for example, an alkyl chain of a fatty acid part: about C8-C16), Ampholytic surface active agents, such as alkyl sulfobetaine and alkyl betaine imidazo NIUMUBETAIN; Alkyl chloride trimethylammonium, alkyl bromide trimethylammonium, Cationic surface-active agents, such as chloridation alkyldimethyl ammonium, etc. can be illustrated. In these, polyoxyethylene hydrogenated castor oil and alkyl glycoside are preferred.

[0040]Loadings of a surface-active agent except a sulfo succinic acid series surface-active agent and an anionic surface-active agent which are shown by a general formula (1) are usually about 0.01 to 2 % of the weight preferably about 0.001 to 5% of the weight to the whole constituent.

[0041]As a binder, alkaline-metal-alginate; propylene glycol alginate, such as cellulosic; sodium alginate, such as carboxymethylcellulose sodium, Gums, such as xanthan gum, a tragacanth gum, karaya gum, gum arabic, and a carrageenan; synthetic binders, such as polyvinyl alcohol, sodium polyacrylate, a carboxyvinyl polymer, and a polyvinyl pyrrolidone, etc. are mentioned. A binder may be used independently or may use two or more sorts together. Loadings of a binder are usually about 0.3 to 5 % of the weight to the whole constituent.

[0042]As perfume, menthol, carvone, anethole, vanillin, benzyl succinate, Eugenol, a methyl salicylate, limonene, ocimene, n-decyl alcohol, Citronellol, alpha-terpineol, methyl acetate, citronellyl acetate, methyleugenol, SHIONERU, linalool, ethyl linalool, WANIRIN, Timor, etc. are mentioned. These may be blended as vegetable extracts (for example, the following plant extracts), such as oil refinement containing these, although it may use as an item compound. As perfume, thyme oil, a nutmeg oil, spearmint oil, peppermint oil, Vegetable extracts, such as anise oil, star-anise oil, fennel oil, lemon oil, orange oil, sage oil, rosemary oil, cinnamon oil, pimento oil, a diatom oil, a beefsteak plant oil, wintergreen oil, clove oil, eucalyptus oil, a basil oil, a tea tree oil, the Taverner oil, a vanilla bean oil, and a cranberry oil, are mentioned. Perfume may be used independently or may use two or more sorts together. Although loadings of perfume can be suitably set up according to a kind of perfume, etc., they are usually about 0.1 to 5 % of the weight preferably about 0.05 to 10% of the weight to the whole constituent.

[0043]As a sweetening agent, saccharin, saccharin sodium, stevioside, The ASESURU firm K, glycyrrhizin, perilla rutin, thaumatin, aspartylphenylalanine methyl ester, xylitol, a paratinose, palatinit, erythritol, maltitol, etc. are mentioned. A sweetening agent may be used independently or may use two or more sorts together. Although loadings of a sweetening agent can be suitably set up according to desired sweet taste, they are usually 0.01 to 5 % of the weight to the whole constituent.

[0044]As a wetting agent, sorbitol liquid, glycerin, ethylene glycol, propylene glycol, a 1,3-butylene glycol, a polyethylene glycol, a polypropylene glycol, RAKUCHITTO, etc. are mentioned,



for example. A wetting agent may be used independently or may use two or more sorts together. Loadings of a wetting agent are usually about 5 to 70 % of the weight to the whole constituent. [0045]as a pH adjuster -- phosphoric acid and its salt (sodium phosphate.) Citrate, such as dibasic sodium phosphate, and a salt of those (sodium etc.), Phosphoric acid and its salt, malic acid and its salt, gluconic acid, and its salt, Maleic acid and its salt, aspartic acid and its salt, gluconic acid, and its salt, Succinic acid and its salt, glucuronic acid and its salt, fumaric acid and its salt, glutamic acid and its salt, adipic acid and its salt, chloride, sodium hydroxide, a potassium hydrate, a sodium silicate, etc. can be illustrated. A pH adjuster may be used independently or may use two or more sorts together. Loadings of a pH adjuster are not restricted especially as long as it is set to desired pH, but they are usually about 0.1 to 3 % of the weight preferably about 0.01 to 5% of the weight to the whole constituent. pH of a constituent of this invention is not restricted especially as long as an effect of this invention is done so, but is usually four to about ten, and is 5.5 to about nine preferably.

[0046]As an antiseptic, paraben, such as benzoate; methylparaben, such as sodium benzoate, and butylparaben, can be illustrated. An antiseptic may be used independently or may use two or more sorts together. Loadings of an antiseptic are usually about 0.01 to 3 % of the weight to the whole constituent.

[0047]as colorant, mineral system coloring matter; titanium oxide, such as certified color; ultramarine, such as the blue No. 1, the yellow No. 4, the red No. 202, and the green No. 3, strengthening ultramarine, and Prussian blue, etc. can be illustrated, for example. Colorant may be used independently or may use two or more sorts together. Loadings of colorant are usually about 0.0001 to 1 % of the weight to the whole constituent.

[0048]As an active principle, for example Cetylpyridinium chloride, benzethonium chloride, Chloridation distearyldimethylbenzylammonium, stearyldimethylbenzylammonium chloride, Stearyl chloride trimethylammonium, chloridation lauryl trimethylammonium, Quarternary ammonium salt, such as lauryl pyridinium chloride, chlorhexidine hydrochloride, Acetic acid chlorhexidine, chlorhexidine glyconate, chloride alexidine, Anionic germicides, such as cationic germicide;n-lauroyl SARUKON thinner thorium, such as biguanide system germicides, such as acetic acid alexidine and gluconic acid alexidine; Triclosan, Nonionic germicides, such as isopropylmethyl phenol; A dextranase, Enzymes, such as amylase, papain, protease, mutanase, a lysozyme, and lytic enzyme (RITEKKU enzyme); A zinc oxide, Zinc compounds, such as zinc chloride; Alkaline metal monofluorophosphate, such as sodium-monofluorophosphate, potassium, mono-fluorophosphate, Fluorides, such as sodium fluoride and the first tin of fluoridation; Tranexamic acid, epsilon aminocaproic acid, aluminum KURORU hydroxylallantoin, a dihydrocholesterol, Vitamin E derivatives, such as tocopherol acetate, glycyrrhizin salts, glycyrrhetic acid, glycerophosphate, chlorophyll, potassium nitrate, sodium chloride, KAROPEPUTAIDO, a water-soluble inorganic-phosphoric-acid compound, etc. are mentioned. as a water-soluble inorganic-phosphoric-acid compound -- general formula (2): $M$  --  $M$  shows Na or K among an  $m+2$   $P_m O_{3-m+1}$  [type, and  $m$  is two or more integers. ]

General-formula (3):  $(MPO_3)_l$   $M$  shows Na or K among a  $l$  [type, and  $l$  is three or more integers. A compound expressed with] is illustrated.

[0049] $m$  is usually two or more integers, and is about two to six integer preferably.  $l$  is usually three or more integers, and is about three to six integer preferably.

[0050]As an example of a compound shown by a formula (2), sodium pyrophosphate, potassium pyrophosphate, sodium tripolyphosphate, etc. can be mentioned.

[0051]As an example of a compound shown by a formula (3), tetrasodium metaphosphate, hexametaphosphoric acid sodium, etc. can be mentioned, for example. An active principle may be used independently or may use two or more sorts together. Especially if loadings of an active principle are within the limits from which a desired effect is acquired, they will not be restricted, but they can be suitably set up according to a kind of active principle, etc. Loadings of an active principle are usually about 0.01 to 20 % of the weight preferably about 0.001 to 30% of the weight to the whole constituent.

[0052]

[Example] Although an example and a comparative example are shown and this invention is explained concretely hereafter, this invention is not restricted to the following example. In the following examples, unless it refuses in particular, all show “% of the weight” “%.”

[0053] In the following examples and comparative examples, the polish nature precipitated silica shown below was used.

[0054] Polish nature precipitated silica A;  $d_{50}=3.5\text{micrometer}$ ,  $d_{90}=9.5\text{micrometer}$ , RDA value =180 polish nature precipitated silica B;  $d_{50}=10\text{micrometer}$ ,  $d_{90}=30\text{micrometer}$ , RDA value =90 polish nature precipitated silica C;  $d_{50}=4.0\text{micrometer}$ ,  $d_{90}=10\text{micrometer}$ , and RDA value =130 -- in addition, the polish nature precipitated silica A and C is equivalent to “the first silica”, and polish nature precipitated silica B is equivalent to “the second silica.”

[0055] The ingredient shown in Examples 1-4 and the comparative example 1 - 4 following was blended, tooth paste was prepared in accordance with the conventional method, and it used for evaluation of the stain formation inhibition effect and stain adhesion depressor effect. Formula ingredient Loadings thickening property silica 5.0 polish nature precipitated silica . Sorbitol liquid (70%) 35.0 sulfo succinic acid series surface-active agent shown in Table 1 Saccharin sodium shown in Table 1 0.2 stevioside 0.1 triclosan 0.1 carboxymethylcellulose-sodium 1.0 perfume 0.9 water . A hydroxyapatite disk with a remainder meter 100.0 valuation-method (stain formation inhibition effect) diameter of 1 cm is used as a dental model, All the Homo sapiens saliva (10 minutes), 0.2% chlorhexidine gluconate solution (2 minutes), It repeats being immersed in order of the 4 time slurry supernatant liquid (2 minutes) of the above-mentioned subject dentifrices, 0.3% ferric citrate (III) ammonium solution (2 minutes), and a tea extract (10 minutes) 10 times, and color difference with the disk before an experiment is measured (referred to as dE). Color difference (referred to as dE0) at the time of using distilled water instead of subject dentifrices was considered as control, and the stain formation inhibition rate was computed with the following formula. Color difference meter CR-241 (made by Minolta) was used for measurement of color difference.

[0056] It expresses that an effect is so high that stain formation inhibition rate (%) =  $(dE0 - dE) \times 100 / dE0$  stain formation inhibition rate is large. The stain formation inhibition rate set c and not less than 50% of less than 70% to b, and set 100% or less to a for 0 or more % [ less than 50 ] not less than 70%.

[0057] (Stain adhesion depressor effect) The enamel test piece by the side of the cheek of the bovine-tooth mandible No. 1 was buried to 4mm square cutoff and transparent polyester resin, and mirror polishing of the test piece surface was carried out after smoothing using oxidation aluminum with abrasive paper. After the test piece surface was immersed in 0.2 mol/L chloride for 60 seconds, and being continuously immersion and immersed in saturated sodium carbonate solution in phytic acid solution for 60 seconds 1% for 30 seconds next, what was washed with ion exchange water was used as the specimen. Set the specimen to the brushing machine of the BSI conformity which installed the commercial toothbrush (nylon hair), it was made to go back and forth 1000 times by the pressure of 150 g in the 4 time slurry liquid of subject dentifrices, and ion exchange water washed. The stain culture medium which dissolved about 3.4 g of instant tea, about 2.5 g of pig stomach mucin, and iron(III) chloride 6 about 1.0-g hydrate in the liquid which puts about 5-g tea leaf into the ion exchange water of 1000mL, and it began to boil for 10 minutes independently was prepared. After having repeated the specimen to the immersion to a stain culture medium, repeating air-drying by turns about 30 second respectively at the room temperature, performing this operation for 1 hour and ion exchange water performed air-drying of 1 hours or more after washing, the standard below viewing estimated the coloring degree of this specimen.

[0058] a: Most coloring is not accepted.

[0059] b: Coloring is accepted a little.

[0060] c: Coloring is accepted.

[0061] d: Strong coloring is accepted.

[0062]

[Table 1]

表 1

| 成分名                                     | 実施例 |    |     |     | 比較例 |    |    |   |
|---|-----|----|-----|-----|-----|----|----|---|
|   | 1   | 2  | 3   | 4   | 1   | 2  | 3  | 4 |
| ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(12~14)スルホコハク酸 2ナトリウム | 1   | 1  | 0.5 |     |     | 1  |    |   |
| ラウリルスルホコハク酸 2ナトリウム                      |     |    | 0.5 | 0.5 | 0.5 |    |    |   |
| 研磨性沈降シリカ A                              | 2   | 3  | 2   | 8   |     |    | 1  |   |
| 研磨性沈降シリカ B                              | 15  | 17 | 20  |     |     | 10 | 10 |   |
| 評価結果                                    |     |    |     |     |     |    |    |   |
| スライム形成阻害                                | a   | a  | a   | b   | b   | a  | c  | c |
| スライム付着阻害                                | a   | a  | a   | a   | d   | c  | b  | d |

[0063]As shown in Table 1, as for the dentifrices with which d<sub>50</sub> blended 5 micrometers or less with the sulfo succinic acid series surface-active agent, and 15 micrometers or less and a RDA value blended 120 or more polish nature precipitated silica (polish nature precipitated silica A) in d<sub>90</sub>, the stain formation inhibition effect and high stain adhesion depressor effect were shown.

Compared with the dentifrices which used only polish nature precipitated silica A, the stain formation inhibition effect of dentifrices which used together polish nature precipitated silica B improved.

[0064]By the formula of the 5th example, tooth paste was prepared in accordance with the conventional method.

[0065]

Ingredient Loadings (%)

Polish nature precipitated silica A 2.0 Polish nature precipitated silica B. 18.0 Sorbitol liquid (70%) 30.0. Glycerin 10.0 titanium-oxide 0.5. Polyethylene glycol 400 3.0 Carboxymethylcellulose sodium 1.0 sodium lauryl sulfate 1.0 polyoxyethylene (60) hydrogenated castor oil 1.0 polyoxyethylene (2 mol) alkyl . (12-14) Sulfo disodium succinate 1.0 sodium fluoride 0.2 isopropylmethyl phenol 0.05 perfume 1.0 saccharin-sodium 0.2 stevia extract 0.1 water By the formula of the 6th remainder meter 100.0 example. Tooth paste was prepared in accordance with the conventional method.

[0066]

Ingredient Loadings (%)

Dibasic-calcium-phosphate and 2 hydrate 15.0. Polish nature precipitated silica C 8.0 Thickening property silica . 5.0 Carboxymethylcellulose sodium . 1.0 sodium lauryl sulfate 1.2 lauryl sulfo disodium succinate 2.0 perfume 0.9 benzyl succinate 0.01 saccharin-sodium 0.2 stevia extract 0.04 water Also in the dentifrices of remainder meter 100.0 Examples 5 and 6, The outstanding stain formation inhibition effect and stain adhesion depressor effect were seen.

[0067]According to this invention, it has in accordance with the stain formation inhibition effect and stain adhesion depressor effect, and the constituent for the mouths which prevents coloring of a tooth effectively can be provided.

[Translation done.]

刊行物 4

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-81796

(P2003-81796A)

(43) 公開日 平成15年3月19日 (2003.3.19)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
A 61 K 7/16

識別記号

F 1  
A 61 K 7/16、テマート(参考)  
4 C 0 8 3

【添付書類】

9  037

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-196716(P2002-196716)

(22) 出願日 平成14年7月5日(2002.7.5)

(31) 優先権主張番号 特願2001-204791(P2001-204791)

(32) 優先日 平成13年7月5日(2001.7.5)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000106324

サンスター株式会社

大阪府高槻市朝日町3番1号

(72) 発明者 藤沢 考一

大阪府大阪市東淀川区豊国6-12-14-302

(74) 代理人 100065215

弁理士 三枝 英二 (外8名)

Fターム(参考) 4C083 AA112 AB102 AB171 AB172

AB242 AB292 AB472 AC122

AC132 AC132 AC782 AC791

AC782 AC812 AC862 AD042

AD272 AD362 BB41 CC41

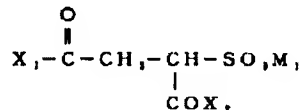
(54) 【発明の名称】 口腔用組成物

(57) 【要約】

【課題】

【解決手段】一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤の少なくとも1種を0.01~5重量%、並びに粒径の50百分位数(d50)が5μm以下、粒径の90百分位数(d90)が15μm以下、かつRDA値が120以上であることを特徴とする研磨性沈降シリカを0.5~10重量%含有することを特徴とする口腔用組成物。一般式(1)：

【化1】



【式中、X<sub>1</sub>及びX<sub>2</sub>のいずれか一方がR1O- (AO)<sub>n</sub>-又はR1CO-B- (AO)<sub>n</sub>-であり、他方がM<sub>2</sub>O-であり、M<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>はそれぞれ同一または異なって、水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアルカノールアミンを表し、R1は炭素数8~

22のアルキル基もしくはアルケニル基、AOは炭素数2~3のオキシアルキレン基、平均付加モル数nは0~20、Bは-NH-または炭素数2~3のモノアルカノールアミン残基を表す。】

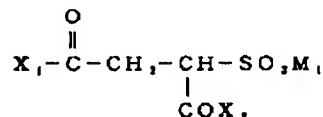
(2)

特開2003-081796

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤の少なくとも1種を0.01~5重量%、並びに粒径の50百分位数(d50)が5μm以下、粒径の90百分位数(d90)が15μm以下、かつRDA値が120以上であることを特徴とする研磨性沈降シリカを0.5~10重量%含有することを特徴とする口腔用組成物。一般式(1)：

【化1】



【式中、X<sub>1</sub>及びX<sub>2</sub>のいずれか一方がR1O-(AO)<sub>n</sub>-又はR1CO-B-(AO)<sub>n</sub>-であり、他方がM<sub>2</sub>O-であり、M<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>はそれぞれ同一または異なって、水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアルカノールアミンを表し、R1は炭素数8~22のアルキル基もしくはアルケニル基、AOは炭素数2~3のオキシアルキレン基、平均付加モル数nは0~20、Bは-NH-または炭素数2~3のモノアルカノールアミン残基を表す。】

【請求項2】 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のAO基の平均付加モル数nが0~7である請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項3】 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のアルキル基もしくはアルケニル基の炭素数が10~14である請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項4】 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のM<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>がナトリウムである請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項5】 研磨性沈降シリカのRDA値が、130~200である請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項6】 研磨性沈降シリカの配合量が、1~5重量%である請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項7】 更に、RDA値が40~110である研磨性沈降シリカを配合した請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項8】 RDA値が40~110である研磨性沈降シリカの配合量が3~25重量%である請求項7記載の口腔用組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、スルホコハク酸系界面活性剤を配合した口腔用組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 歯牙の着色は、ステインと呼ばれる色素沈着物の形成と歯牙への付着が原因で起こり、審美上の大きな問題である。ステインは、クロロヘキシジンなどの殺菌剤、茶などに含まれるタンニン系物質、鉄などの

金属が原因で起こると考えられている。歯牙への着色を防止するための有効な手段として、ステインの形成の阻害およびステインの歯牙への付着を抑制する方法が考えられる。

【0003】 ステインの形成を阻害するものとしては、特開平1-125315号公報にタンニン系物質によるステインをポリスチレンスルホン酸が阻害すること、特開平2-56413号公報には非酵素的褐変反応の進行を阻止してステイン形成を阻害する方法が示されている。これらは特定のステイン物質のみを考えたものであり、全てのステインに対して効果を持つものではない。また、スルホコハク酸系界面活性剤をステイン形成阻害剤として口腔用組成物に用いることが特開平10-17443に開示されている。一方、ステインの付着抑制については、特開平2-200618号公報、特開平2-209805号公報、特開平2-223512号公報に示されたアミノアルキルシリコンや、特開平3-38517号公報、特開平5-163126号公報に示されたフルオロアルキルリン酸エステルが、歯牙の表面に被膜を形成してステインの付着を阻害することが開示されている。しかし、これらはステイン形成阻害もしくはステイン付着抑制のどちらか一方を満たすものであり、ステイン形成阻害と付着抑制の両方を満たす口腔用組成物に関する知見は今までになかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、ステイン形成阻害とステイン付着抑制効果を併せ持ち、効果的に歯牙の着色を防止する口腔用組成物を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 このような現状に鑑み、本発明者は鋭意研究を行った結果、スルホコハク酸系界面活性剤0.01~5重量%、及び粒径の50百分位数(d50)が5μm以下、粒径の90百分位数(d90)が15μm以下、かつRDA値が120以上であることを特徴とする研磨性沈降シリカを0.5~10重量%配合した口腔用組成物が、ステイン形成阻害とステイン付着抑制効果を併せ持ち、効果的に歯牙の着色を防止することを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】 即ち、本発明は、下記の各項に係る口腔用組成物を提供するものである。

1. 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤の少なくとも1種を0.01~5重量%、並びに粒径の50百分位数(d50)が5μm以下、粒径の90百分位数(d90)が15μm以下、かつRDA値が120以上であることを特徴とする研磨性沈降シリカを0.5~10重量%含有することを特徴とする口腔用組成物。

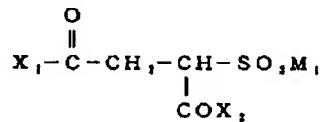
一般式(1)：

【0007】

【化2】

(3)

特開2003-081796



【0008】【式中、X<sub>1</sub>及びX<sub>2</sub>のいずれか一方がR<sub>1</sub>O-(AO)<sub>n</sub>-又はR<sub>1</sub>CO-B-(AO)<sub>n</sub>-であり、他方がM<sub>2</sub>O-であり、M<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>はそれぞれ同一または異なって、水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアルカノールアミンを表し、R<sub>1</sub>は炭素数8〜22のアルキル基もしくはアルケニル基、AOは炭素数2〜3のオキシアルキレン基、平均付加モル数nは0〜20、Bは-NH-または炭素数2〜3のモノアルカノールアミン残基を表す。】

2. 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のAO基の平均付加モル数nが0〜7である項1記載の口腔用組成物。

3. 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のアルキル基もしくはアルケニル基の炭素数が10〜14である項1記載の口腔用組成物。

4. 一般式(1)で示されるスルホコハク酸系界面活性剤のM<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>がナトリウムである項1記載の口腔用組成物。

5. 研磨性沈降シリカのRDA値が、130〜200である項1記載の口腔用組成物。

6. 研磨性沈降シリカの配合量が、1〜5重量%である項1記載の口腔用組成物。

7. 更に、RDA値が40〜110である研磨性沈降シリカを配合した項1記載の口腔用組成物。

8. RDA値が40〜110である研磨性沈降シリカの配合量が3〜25重量%である項7記載の口腔用組成物。

【0009】

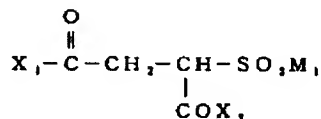
【発明の実施の形態】以下、本発明につき更に詳しく説明する。

【0010】本発明に用いるスルホコハク酸系界面活性剤は、一般式(1)で表されるスルホコハク酸モノエステルであれば、特に限定されるものではない。

一般式(1)：

【0011】

【化3】



【0012】【式中、X<sub>1</sub>及びX<sub>2</sub>のいずれか一方がR<sub>1</sub>O-(AO)<sub>n</sub>-又はR<sub>1</sub>CO-B-(AO)<sub>n</sub>-であり、他方がM<sub>2</sub>O-であり、M<sub>1</sub>およびM<sub>2</sub>はそれぞれ同一または異なって、水素、アルカリ金属、アルカリ土類

金属、アンモニウム又はアルカノールアミンを表し、R<sub>1</sub>は炭素数8〜22のアルキル基もしくはアルケニル基、AOは炭素数2〜3のオキシアルキレン基、平均付加モル数nは0〜20、Bは-NH-または炭素数2〜3のモノアルカノールアミン残基を表す。】

一般式(1)で表されるスルホコハク酸モノエステルにおいて、R<sub>1</sub>は天然由来または合成した炭素数8〜22程度の直鎖または分岐のアルキル基またはアルケニル基である。例えば、ラウリル、ココイル、ミリスチル、ステアリル、C<sub>12</sub>〜C<sub>14</sub>合成アルキル、イソノニル、イソドデシル、オクテニル、ドデケニルなどが挙げられる。R<sub>1</sub>の炭素数が長いほど苦味や刺激は低減されるが、短いほどステイン形成阻害効果が高くなるので、R<sub>1</sub>の炭素数は10〜16程度が好ましく、12〜14程度がより好ましい。特に、C<sub>12</sub>〜C<sub>14</sub>合成アルキルあるいはラウリルとミリスチルを組合せて用いるのが最も好ましい。

【0013】M<sub>1</sub>及びM<sub>2</sub>は、それぞれ同一でも、異なってもよく、水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアルカノールアミンである。アルカリ金属としては、ナトリウム、カリウムなどが、アルカリ土類金属としては、マグネシウムなどが、アルカノールアミンとしては、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどが例示できる。これらの中でも、M<sub>1</sub>及びM<sub>2</sub>としては、ナトリウムとマグネシウムがより好ましく、ナトリウムが特に好ましい。

【0014】AO基は、炭素数2〜3程度のオキシアルキレン基であり、オキシエチレン基であることが好ましい。AOの平均付加モル数nは、0〜20程度が好ましい。平均付加モル数nは小さいほどステイン形成阻害効果が高く、且つ苦味も低減されるので、nが0〜7程度の場合が好ましく、0〜2程度が最も好ましい。ここに、平均付加モル数0とは、オキシアルキレンを付加していないスルホコハク酸モノエステルを意味する。

【0015】一般式(1)で示されるスルホコハク酸モノエステルの例としては、ポリオキシエチレン(7モル)ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(2モル)ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(1モル)ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム、ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(7モル)ミリスチルスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(C<sub>12</sub>〜14)スルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(1モル)アルキル(C<sub>12</sub>〜14)スルホコハク酸2ナトリウム、アルキル(C<sub>12</sub>〜14)スルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(2モル)ラウリルスルホコハク酸マグネシウム、ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(C<sub>12</sub>〜14)スルホコハク酸マグネシウム、ポリオキシエチレン(7

(4)

特開2003-081796

モル) ミリスチルスルホコハク酸2トリエタノールアミンなどが挙げられる。一般式(2)で示される例としては、オレイン酸アミドスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(5モル)ラウロイルエタノールアミドスルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(2モル)ココイルイソプロパノールアミドスルホコハク酸2ナトリウムなどが挙げられる。

【0016】また、最も好適なスルホコハク酸モノエステルは、一般式(1)において、R1が炭素数12~14程度のアルキル基で、AO基がオキシエチレン基であって、その平均付加モル数nが0~2程度のナトリウム塩である。具体的には、ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(C12~14)スルホコハク酸2ナトリウム、ポリオキシエチレン(1モル)アルキル(C12~14)スルホコハク酸2ナトリウム、アルキル(C12~14)スルホコハク酸2ナトリウムなどが挙げられる。

【0017】一般式(1)で表されるスルホコハク酸エステルは、1種を単独で用いても2種以上を併用してもよい。

【0018】一般式(1)で表されるスルホコハク酸モノエステルの配合量は、通常、組成物全体に対しての0.01~5重量%程度が好ましく、さらに好ましくは0.1~2重量%程度である。配合量が0.01重量%程度に満たないと十分なステイン形成阻害効果が得られず、また5重量%程度を超えると使用感が悪くなってしまふ。

【0019】本発明では、d50が5 $\mu$ m以下程度、d90が15 $\mu$ m以下程度、かつRDA値が120以上程度である研磨性沈降シリカ(以下、“第一シリカ”という場合がある)を、組成物全重量に対して、0.5~10重量%程度用いることを必須とする。

【0020】沈降シリカは、薄めたケイ酸アルカリ金属塩(例えば、ケイ酸ナトリウム)と強酸(例えば硫酸)とを、主に酸性条件下で、凝集してゾル及びゲルにならないような条件で反応させ、濾過、洗浄、乾燥後、所望の粒径になるよう製粉化することにより製造されるものである。本発明では常法に従って製造した沈降シリカを用いることができる。沈降シリカは、ゲルシリカと比べ、吸湿性が低く、取り扱いが容易であり、また、安価であるという点で優れているので、本発明では研磨性シリカとして沈降シリカを用いる。

【0021】本発明で用いる第一シリカとしては、常法に従って製造されたものを用いることができる。

【0022】第一シリカの配合量は、組成物全重量に対して、0.5~10重量%であり、0.5~6重量%程度が好ましく、1~5重量%程度がより好ましく、2~4重量%程度がさらに好ましい。0.5%未満であると、十分なステイン付着抑制効果を得られず、10重量%を超えると、歯牙を傷つけてしまう恐れがある。

【0023】d50およびd90は、低出力He/Neレーザーを使用し、フラウンホーファー回折の原理を利用したマルバーン・マスターサイザー(Malvern Mastersizer)を用いて測定される。d50は、4.5 $\mu$ m以下程度であることがより好ましく、4 $\mu$ m以下程度であることがさらに好ましい。d50の下限は、本発明の所期の効果に悪影響を与えない限り特に限定されるものではないが、通常、3 $\mu$ m程度、好ましくは1 $\mu$ m程度である。d90は、13 $\mu$ m以下程度であることがより好ましく、10 $\mu$ m以下程度であることがさらに好ましい。d90の下限は、本発明の所期の効果に悪影響を与えない限り特に限定されるものではないが、通常、8 $\mu$ m程度、好ましくは5 $\mu$ m程度である。

【0024】RDA値とは、Radioactive Dentin Abrasionの略称であり、例えば、Hefferenらの方法(J. Dent. Res., Vol. 55, No. 4, 563-573, 1976年)により求めることができる。また、RDA値は、130以上程度であることが好ましく、150以上程度であることがより好ましい。RDA値の上限は、特に限定されるものではないが、通常、250程度、好ましくは200程度である。従って、RDA値の好ましい範囲は、120~250程度、より好ましい範囲は130~200程度、さらに好ましい範囲は150~200程度である。

【0025】本発明の口腔用組成物には、第一シリカに加え、RDA値が40~110程度である研磨性沈降シリカ(以下、“第二シリカ”)という場合がある)を配合することができる。

【0026】第二シリカを併用することにより、ステイン形成阻害性がより向上するので好ましい。

【0027】第二シリカにおいて、RDA値は、40~110程度であり、60~110程度であることが好ましく、80~110程度であることがより好ましく、85~110程度であることがさらに好ましい。

【0028】第二シリカは、RDA値が上記範囲内のものであれば特に限定されるものではないが、粒径が、d50が20 $\mu$ m以下程度であるものが好ましく、d50が15 $\mu$ m以下程度であるものがより好ましい。第二シリカのd50の下限は、特に限定されるものではないが、通常10 $\mu$ m程度であり、8 $\mu$ m程度が好ましい。

【0029】第二シリカの配合量は、組成物全重量に対して、3~25重量%程度が好ましく、8~20重量%程度がより好ましく、10~20重量%程度がさらに好ましく、15~20重量%程度が特に好ましい。

【0030】本発明組成物において、第一シリカと第二シリカの合計配合量は、組成物全重量に対して、5~30重量%程度が好ましく、10~25重量%程度がより好ましく、12~23重量%程度がさらに好ましく、17~23重量%程度が特に好ましい。また、第一シリカと第二シリカの使用割合は、重量比で、第一シリカ:第二シリカ=1:20~1:1程度であることが好まし

(5)

特開2003-081796

く、1:10~1:2程度であることがより好ましく、1:10~1:3程度であることがさらに好ましい。

【0031】本発明の組成物におけるシリカの配合例としては、以下のものが挙げられる。

【0032】RDA値が150~200程度の第一シリカを、組成物全重量に対して、1~5重量%程度；及びRDA値が85~110程度の第二シリカを、組成物全重量に対して、10~20重量%程度配合し、第一シリカ及び第二シリカの合計重量が組成物全重量に対して12~23重量%であり、第一シリカと第二シリカの割合が、重量比で第一シリカ=第二シリカ=1:10~1:2。

【0033】RDA値が150~200程度であり、d<sub>50</sub>が3~4μm程度、d<sub>90</sub>が8~10μm程度である第一シリカを、組成物全重量に対して、2~4重量%程度；及びRDA値が85~110程度であり、d<sub>50</sub>が10~15μm程度の第二シリカを、組成物全重量に対して、15~20重量%程度配合し、第一シリカ及び第二シリカの合計重量が組成物全重量に対して17~23重量%であり、第一シリカと第二シリカの割合が、重量比で第一シリカ:第二シリカ=1:8~1:3。

【0034】本発明の口腔用組成物は、常法により粉歯磨、練歯磨、ジェル、プロフィーペースト、パスタ、チューニングガム、タブレットなどの剤形とすることができる。使用性の点から、歯磨剤が特に好ましい。本発明の組成物は、上記スルホコハク酸系界面活性剤、研磨性沈降シリカ以外に、水、低級アルコール、高級アルコール、当該分野において通常使用される添加剤を、剤形などに応じて適宜配合することができる。このような添加剤としては、上記研磨性沈降シリカ(Ⅰ)及び(Ⅱ)以外の研磨剤、賦形剤、発泡剤、粘結剤、pH調整剤、式(Ⅰ)及び(Ⅱ)で表されるスルホコハク酸系界面活性剤以外の界面活性剤、湿潤剤、甘味剤、香料、防腐剤、着色剤、各種有効成分などを例示できる。添加剤の配合量は、発明の効果を損なわない範囲であれば、特に制限されず適宜設定することができる。

【0035】水の配合量は、剤形などに応じて適宜設定することができるが、組成物全体に対して、通常0~70重量%程度、好ましくは10~50%程度である。低級アルコールの配合量は、組成物全体に対して、通常0~10重量%程度、好ましくは0~5%程度である。高級アルコールの配合量は、組成物全体に対して、通常0~70重量%程度、好ましくは10~50%程度である。

【0036】上記研磨性沈降シリカ(Ⅰ)及び(Ⅱ)以外の研磨剤としては、第2リン酸カルシウム・2水和物および無水和物、リン酸カルシウム、第3リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、シリカゲル、ケイ酸アルミニウム、上記研磨性沈降シリカ(Ⅰ)及び(Ⅱ)以外の沈降性シリカ、不溶性メタリン酸ナトリウム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、硫酸カルシウム、ポリメ

タクリル酸メチル、ベントナイト、ケイ酸ジルコニウム、ハイドロキシアパタイト、合成歯磨などを用いることができる。これらの研磨剤は単独で用いても2種以上を併用してもよく、上記研磨性沈降シリカ(Ⅰ)及び(Ⅱ)以外の研磨剤の配合量は、組成物全重量に対して、通常、5~90重量%程度、練歯磨の場合には5~50重量%程度である。

【0037】賦形剤として、例えば、火成性シリカ、増粘性シリカ（一般に、RDA値が30以下程度のシリカを示す）、結晶セルロースを含む粉体状セルロースなどを例示することができる。これらの中では、火成性シリカ、増粘性シリカが好ましい。賦形剤の配合量は、組成物全体に対して、通常0.1~30重量%程度であり、好ましくは0.5~10重量%程度である。

【0038】発泡剤としては、一般式(Ⅰ)で表されるスルホコハク酸系界面活性剤以外のアニオン性界面活性剤が挙げられる。例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ミリスチル硫酸ナトリウム等のアルキル基の炭素数が8~18である高級アルキル硫酸エステル塩；N-長鎖アシルアミノ酸塩、α-オレフィンスルホネート塩、高級脂肪酸ナトリウムモノグリセリドモノサルフェート、N-メチル-N-バルミトイルタウリド塩、N-アシルサルコシナトリウム、N-アシルグルタミン酸塩、N-メチル-N-アシルタウリンナトリウム、N-メチル-N-アシルアラニンナトリウム、α-オレフィンスルホン酸ナトリウムなどのアニオン性界面活性剤などを例示することができる。これらアニオン性界面活性剤には化学的溶解によるステイン除去作用の高いものが多く、特にラウリル硫酸ナトリウムを配合するとステイン形成抑制効果が相乗的に高くなるので好ましい。これらのアニオン性界面活性剤は単独で用いても2種以上を併用してもよい。一般式(Ⅰ)で表されるスルホコハク酸系界面活性剤以外のアニオン性界面活性剤の配合量は、組成物全体に対して、通常、0.001~5重量%程度、好ましくは0.01~2重量%程度である。

【0039】また、本発明組成物には、アニオン性界面活性剤以外にも通常口腔用組成物に用いられる非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤やカチオン性界面活性剤を配合してもよい。このような界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート等のポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等のポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ラウリン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸モノエタノールアミド、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン脂肪酸エステルアルキルグリコシド（例えばアルキル鎖：C8~C16程度）、ポリグリセリン脂肪酸エステル（例えば脂肪酸部分のアルキル鎖：C8~C16程度）、ショ糖脂肪酸エステル（例えば脂肪酸部分のアル



(6)

特開2003-081796

キル鎖：C8～C16程度)等の非イオン性界面活性剤；N-アルキルジアミノエチルグリシン、アルキルペタイン、脂肪酸アミドプロピルペタイン(例えば脂肪酸部分のアルキル鎖：C8～C16程度)、アルキルスルホペタイン、アルキルペタインイミダゾニウムペタインなどの両性界面活性剤；塩化アルキルトリメチルアンモニウム、臭化アルキルトリメチルアンモニウム、塩化アルキルジメチルアンモニウムなどのカチオン性界面活性剤などを例示することができる。これらの中では、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、アルキルグリコシドが好ましい。

【0040】一般式(1)で示されるスルホホハク酸系界面活性剤とアニオン性界面活性剤を除いた界面活性剤の配合量は、組成物全体に対して、通常、0.001～5重量%程度、好ましくは0.01～2重量%程度である。

【0041】粘結剤としては、カルボキシメチルセルロースナトリウムなどのセルロース誘導体；アルギン酸ナトリウムなどのアルカリ金属アルギネート；アルギン酸プロピレングリコールエステル、キサンタンガム、トラガカントガム、カラヤガム、アラビアガム、カラギーナンなどのガム類；ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドンなどの合成粘結剤などが挙げられる。粘結剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。粘結剤の配合量は、組成物全体に対して、通常、0.3～5重量%程度である。

【0042】香料としては、メントール、カルボン、アネトール、バニリン、ベンジルサクシネート、オイゲノール、サリチル酸メチル、リモネン、オシメン、 $\alpha$ -テルピネオール、シトロネロール、 $\alpha$ -テルピネオール、メチルアセテート、シトロネリルアセテート、メチルオイゲノール、シオネール、リナロール、エチルリナロール、ウニリン、チモールなどが挙げられる。これらは、単品化合物として用いてもよいが、これらを含む精油などの植物抽出液(例えば、下記のような植物抽出物)として配合してもよい。また、香料としては、タイム油、ナツメグ油、スベアミント油、ペパーミント油、アニス油、スターアニス油、フェネル油、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー油、桂皮油、ビメント油、迷迭油、シソ油、冬緑油、丁子油、ユーカリ油、バジル油、ティーツリー油、タバナ油、パニラ油、クランベリー油などの植物抽出液が挙げられる。香料の配合量は、香料の種類などに応じて適宜設定することができるが、組成物全体に対して、通常0.05～10重量%程度、好ましくは0.1～5重量%程度である。

【0043】甘味剤としては、サッカリン、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、アセスルファームK、グ

リチルリチン、ペリラルチン、タウマチン、アスパルチルフェニルアラニンメチルエステル、キシリトール、バラチノース、バラチニット、エリスリトール、マルチトールなどが挙げられる。甘味剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。甘味剤の配合量は、所望の甘みに応じて適宜設定することができるが、通常、組成物全体に対して0.01～5重量%である。

【0044】湿潤剤としては、例えば、ソルビット液、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ラクチット等が挙げられる。湿潤剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。湿潤剤の配合量は、組成物全体に対して通常5～70重量%程度である。

【0045】pH調整剤としては、例えば、リン酸およびその塩(リン酸ナトリウム、リン酸水素ナトリウムなど)、クエン酸およびその塩(ナトリウム等)、リン酸およびその塩、リンゴ酸およびその塩、グルコン酸およびその塩、マレイン酸およびその塩、アスパラギン酸およびその塩、グルコン酸およびその塩、コハク酸およびその塩、グルクロン酸およびその塩、フマル酸およびその塩、グルタミン酸およびその塩、アジピン酸およびその塩、塩酸、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、ケイ酸ナトリウムなどを例示することができる。pH調整剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。pH調整剤の配合量は、所望のpHとなる限り特に制限されないが、組成物全体に対して、通常0.01～5重量%程度、好ましくは0.1～3重量%程度である。本発明の組成物のpHは、本発明の効果が要される限り特に制限されないが、通常4～10程度であり、好ましくは5.5～9程度である。

【0046】防腐剤としては、安息香酸ナトリウムなどの安息香酸塩；メチルパラベン、ブチルパラベンなどのパラベン類を例示することができる。防腐剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。防腐剤の配合量は、組成物全体に対して、通常0.01～3重量%程度である。

【0047】着色剤としては、例えば、青色1号、黄色4号、赤色202号、緑3号などの法定色素；群青、強化群青、紺青などの顔料系色素；酸化チタンなどを例示することができる。着色剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。着色剤の配合量は、組成物全体に対して、通常0.0001～1重量%程度である。

【0048】有効成分としては、例えば、塩化セチルピリジニウム、塩化ベンゼトニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルピリジニウム等の第四級アンモニウム塩、塩酸クロルヘキシジン、酢酸クロルヘキシジン、グルコン酸クロルヘキシジン、塩酸アレキシジン、酢酸アレキシジン、グ

(7)

特開2003-081796

ルコン酸アレキシジン等のピグアニド系殺菌剤等のカチオン性殺菌剤； $\alpha$ -ラウロイルサルコシナトリウムなどのアニオン性殺菌剤；トリクロサン、イソプロピルメチルフェノール等の非イオン性殺菌剤；デキストラナーゼ、アミラーゼ、パパイン、プロテアーゼ、ムタナーゼ、リゾチーム、溶菌酵素（リテックエンザイム）などの酵素；酸化亜鉛、塩化亜鉛などの亜鉛化合物；モノフルオロリン酸ナトリウム、モノフルオロリン酸カリウムなどのアルカリ金属モノフルオロホスフェート、フッ化ナトリウム、フッ化第一スズなどのフッ化物；トラネキサム酸、イブシロンアミノカプロン酸、アルミニウムクロルヒドロキシルアラントイン、ジヒドロコレステロール、酢酸トコフェロールなどのビタミンE誘導体、グリチルリチン塩類、グリチルレチン酸、グリセロホスフェート、クロロフィル、硝酸カリウム、塩化ナトリウム、カロバプタイド、水溶性無機リン酸化合物などが挙げられる。水溶性無機リン酸化合物としては、一般式

(2)：

 $Mm-2 Pn O 3m-1$ 

〔式中、Mは、NaまたはKを示し、mは2以上の整数である。〕

一般式 (3)：

 $(M^l P^l O_3)^l$ 

〔式中、Mは、NaまたはKを示し、lは3以上の整数である。〕で表される化合物が例示される。

【0049】mは、通常2以上の整数であり、好ましくは2～6程度の整数である。lは、通常3以上の整数であり、好ましくは3～6程度の整数である。

【0050】式(2)で示される化合物の具体例として、ピロリン酸ナトリウム、ピロリン酸カリウム、トリポリリン酸ナトリウムなどを挙げるができる。

【0051】式(3)で示される化合物の具体例としては、例えば、テトラメタリン酸ナトリウム、ヘキサメタリン酸ナトリウムなどを挙げるができる。有効成分は、単独で用いても2種以上を併用してもよい。有効成分の配合量は、所望の効果が得られる範囲内であれば特に制限されず、有効成分の種類などに応じて適宜設定することができる。有効成分の配合量は、組成物全体に対して、通常0.001～30重量%程度、好ましくは0.01～20重量%程度である。

【0052】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、以下の実施例において、特に断らない限り、「%」は、いずれも「重量%」を示す。

【0053】また、以下の実施例及び比較例においては、以下に示す研磨性沈降シリカを用いた。

【0054】研磨性沈降シリカA: $d_{50}=3.5\mu m$ ,  $d_{90}=9.5\mu m$ ,  $RDA値=180$

研磨性沈降シリカB: $d_{50}=10\mu m$ ,  $d_{90}=30\mu m$ ,  $RDA値=90$ 。

研磨性沈降シリカC: $d_{50}=4.0\mu m$ ,  $d_{90}=10\mu m$ ,  $RDA値=130$

なお、研磨性沈降シリカA及びCは“第一シリカ”に相当し、研磨性沈降シリカBは“第二シリカ”に相当する。

【0055】実施例1～4及び比較例1～4

下記に示す成分を配合し、常法に従って練歯磨を調製し、ステイン形成阻害効果及びステイン付着抑制効果の評価に用いた。

処方

| 成分                 | 配合量   |
|--------------------|-------|
| 増粘性シリカ             | 5.0   |
| 研磨性沈降シリカ           | 表1に示す |
| ソルビット液 (70%)       | 35.0  |
| スルホコハク酸系界面活性剤      | 表1に示す |
| サッカリンナトリウム         | 0.2   |
| ステビオサイド            | 0.1   |
| トリクロサン             | 0.1   |
| カルボキシメチルセルロースナトリウム | 1.0   |
| 香料                 | 0.9   |
| 水                  | 残部    |
| 計                  | 100.0 |

評価方法

（ステイン形成阻害効果）直径1cmのハイドロキシアパタイトディスクを歯のモデルとして用い、ヒト全唾液（10分）、0.2%クロルヘキシジングルコネート水溶液（2分）、上記被験歯磨剤の4倍スラリー上清（2分）、0.3%クエン酸鉄（III）アンモニウム水溶液（2分）、紅茶抽出液（10分）の順番で浸漬することを10回繰返し、実験前ディスクとの色差を測定する（dEとする）。被験歯磨剤の代わりに蒸留水を用いた場合の色差（dE0とする）をコントロールとし、次式によりステイン形成阻害率を算出した。なお、色差の測定には色彩色差計CR-241（ミノルタ製）を用いた。

【0056】ステイン形成阻害率(%) =  $(dE0 - dE) \times 100 / dE0$

ステイン形成阻害率が大きいほど、効果が高いことを表す。ステイン形成阻害率が0以上50%未満をc、50%以上70%未満をb、70%以上100%以下をaとした。

【0057】（ステイン付着抑制効果）牛歯下顎1番の頬側のエナメル試片を4mm平方切り取り、透明ポリエステルレジンにうめ込み、試片表面を研摩紙にて平滑化後、酸化アルミを用いて鏡面研磨した。試片表面を0.2mol/L塩酸に60秒浸漬し、次に飽和炭酸ナトリウム水溶液に30秒浸漬、つづいて1%フィチン酸水溶液に60秒浸漬した後、イオン交換水で洗浄したものを試験片とした。試験片を市販歯ブラシ（ナイロン毛）を設置したBSI準拠のブラッシングマシンにセットし、被験歯磨剤の4倍スラリー液中で、圧力150gで100

(8)

特開2003-081796

0 住復させイオン交換水で洗浄した。別に、1000mLのイオン交換水に約5gの紅茶葉を入れ10分間煮出した液に、約3.4gのインスタントティー、約2.5gの豚胃ムチン、約1.0gの塩化鉄(III)6水和物を溶解したステイン培地を調製した。試験片を室温にてステイン培地への浸漬、空気乾燥を約30秒ずつ交互に繰り返し、この操作を1時間おこなった後、イオン交換水で洗浄後、1時間以上の空気乾燥を行った後、この試

験片の着色度合いを目視にて以下の規準で評価した。

【0058】a: 着色はほとんど認められない。

【0059】b: 若干着色が認められる。

【0060】c: 着色が認められる。

【0061】d: 強い着色が認められる。

【0062】

【表1】

表 1

| 成分名                                    | 実施例      |    |     |     | 比較例 |    |    |   |
|--|----------|----|-----|-----|-----|----|----|---|
|  | 1        | 2  | 3   | 4   | 1   | 2  | 3  | 4 |
| ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(12~14)スルホコハク酸2ナトリウム | 1        | 1  | 0.5 |     |     | 1  |    |   |
| ポリオキシエチレン(2モル)アルキル                     |          |    | 0.5 | 0.5 | 0.5 |    |    |   |
| 研磨性沈降シリカA                              | 2        | 3  | 2   | 8   |     |    | 1  |   |
| 研磨性沈降シリカB                              | 15       | 17 | 20  |     |     | 10 | 10 |   |
| 評価結果                                   | ステイン形成阻害 |    |     |     | a   | b  | a  | c |
|  | ステイン付着阻害 |    |     |     | a   | a  | a  | d |

【0063】表1に示すように、スルホコハク酸系界面活性剤が $d_{50}$ が $5\mu m$ 以下、 $d_{90}$ が $15\mu m$ 以下、RDA値が120以上の研磨性沈降シリカ(研磨性沈降シリカA)を配合した歯磨剤はステイン形成阻害効果及び高いステイン付着抑制効果を示した。また、研磨性沈降シリ

カBを併用した歯磨剤は、研磨性沈降シリカAのみを用いた歯磨剤と比べ、ステイン形成阻害効果が向上した。

【0064】実施例5次の処方により、常法に従って練歯磨を調製した。

【0065】

| 成分                                     | 配合量 (%) |
|--|---------|
| 研磨性沈降シリカA                              | 2.0     |
| 研磨性沈降シリカB                              | 18.0    |
| ソルビット液(70%)                            | 30.0    |
| グリセリン                                  | 10.0    |
| 酸化チタン                                  | 0.5     |
| ポリエチレングリコール400                         | 3.0     |
| カルボキシメチルセルロースナトリウム                     | 1.0     |
| ラウリル硫酸ナトリウム                            | 1.0     |
| ポリオキシエチレン(60)硬化ヒマシ油                    | 1.0     |
| ポリオキシエチレン(2モル)アルキル(12~14)スルホコハク酸2ナトリウム | 1.0     |
| フッ化ナトリウム                               | 0.2     |
| イソプロピルメチルフェノール                         | 0.05    |
| 香料                                     | 1.0     |
| サッカリンナトリウム                             | 0.2     |
| ステビアエキス                                | 0.1     |
| 水                                      | 残部      |
| 計                                      | 100.0   |

実施例6次の処方により、常法に従って練歯磨を調製した。

【0066】

| 成分                 | 配合量 (%) |
|--------------------|---------|
| 第2リン酸カルシウム・2水和物    | 15.0    |
| 研磨性沈降シリカC          | 8.0     |
| 増粘性シリカ             | 5.0     |
| カルボキシメチルセルロースナトリウム | 1.0     |

(9)

特開2003-081796

|                   |          |
|-------------------|----------|
| ラウリル硫酸ナトリウム       | 1. 2     |
| ラウリルスルホコハク酸2ナトリウム | 2. 0     |
| 香料                | 0. 9     |
| ベンジルサクシネート        | 0. 0 1   |
| サッカリンナトリウム        | 0. 2     |
| ステビアエキス           | 0. 0 4   |
| 水                 | 残部       |
| 計                 | 1 0 0. 0 |

実施例5及び6の歯磨剤においても、優れたステイン形成阻害効果とステイン付着抑制効果が見られた。

【0067】本発明によれば、ステイン形成阻害効果

と、ステイン付着抑制効果をあわせ持ち、効果的に歯牙の着色を防止する口腔用組成物が提供できる。